#### SciFinder

#### Bibliographic Inf rmation

Manufactur of p lyur thanes using dialkylaminoalkylureas as catalysts. Haas, Peter; Freitag, Hans Albrecht. (Bayer A.-G., Fed. Rep. Ger.). Ger. Offen. (1982), 25 pp. CODEN: GWXXBX DE 3027796 A1 19820218 Patent written in German. Application: DE 80-3027796 19800723. CAN 96:143542 AN 1982:143542 CAPLUS (Copyright 2002 ACS)

#### Patent Family Information

Patent No.	Kind	<u>Date</u>	Application No.	<u>Date</u>
DE 3027796	A1	19820218	DE 1980-3027796	19800723

#### Abstract

(Dialkylaminoalkyl)ureas are used as catalysts in the manuf. of polyurethane foams. Thus, a compn. contg. polyethylene-polypropylene glycol ether with trimethylolpropane 100, water 3.0, bis(dimethylaminoethyl) ether 0.1, com. silicone stabilizer 1.0, diazabicyclooctane [280-57-9] 0.3, and [Me2N(CH2)3]2NCONH(CH2)6NHCON[(CH2)3NMe2]2 [80459-58-1] (prepd. by treating bis(dimethylaminopropyl)amine [6711-48-4] with hexamethylene diisocyanate) [822-06-0]) 0.5 parts was mixed with 35.5 parts isocyanate mixt. contg. 80% TDI and 20% phosgenated aniline-formaldehyde condensate. The mixt. had foam time 5 s, cream time 57 s, and rise time 10 s and produced a foam with a fine, even pore structure without the odor problem assocd. with the use of conventional cocatalysts, e.g. Et3N and N-methylmorpholine, in foam manuf.

# **DEUTSCHLAND**

# ® BUNDESREPUBLIK ® Off nlegungsschrift <sub>(1)</sub> DE 3027796 A1

(5) Int. Cl. 3:

C08G18/18



**DEUTSCHES PATENTAMT**  21) Aktenzeichen:

2 Anmeldetag: (3) Offenlegungstag: P 30 27 796.4 23. 7.80 18. 2.82

① Anmelder:

Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

Haas, Peter, Dr., 5657 Haan, DE; Freitag, Hans-Albrecht, Dr., 5060 Bergisch Gladbach, DE

Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen unter Verwendung von Dialkylaminoalkylhernstoffen als Katalysatoren

#### Patentansprüche

5

10

15

20

1. Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen durch Umsetzung von mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400 - 10000 mit Polyisocyanaten und gegebenenfalls Kettenverlängerungsmitteln vom Molekulargewicht 32-400 in Gegenwart von tertiären Aminogruppen aufweisenden Katalysatoren und gegebenenfalls in Gegenwart von Schaumstabilisatoren, Wasser und/oder organischen Treibmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß als Katalysatoren Dialkylaminoalkylharnstoffen der allgemeinen Formel

$$X \rightarrow CH_2 \rightarrow M \rightarrow C \rightarrow NH \rightarrow Q \rightarrow NH \rightarrow C \rightarrow N \rightarrow CH_2 \rightarrow M \rightarrow N$$

in der Q ein Alkylenrest, Cycloalkylenrest oder
Arylenrest,

m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und

R Wasserstoff oder  $-(CH_2)_{m}$ X bedeuten kann

X Reste der Formeln

a) 
$$-0+CH$$
  $n$   $R_{5}$   $R_{7}$ 

in der

n eine ganze Zahl zwischen 2 und 5

 $R_g$  Wasserstoff oder  $C_1$  bis  $C_7$  Alkyl, das durch

-N  $R_6$  substituiert sein kann, und

 $R_6$ ,  $R_7$  unabhängig voneinander  $C_1$  bis  $C_5$  Alkyl bedeuten,

5

15

b) 
$$-N \leftarrow (CH_2) - N \sim R_6$$

$$R_8$$

in der

 $R_8$  für  $C_1$  bis  $C_8$  Alkyl oder für den Rest

$$-(CH_2)_n$$
  $\mathbb{R}_6$ 

steht, und

n, R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub> die oben ganannte Bedeutung haben,

c) 
$$-N \xrightarrow{(CH_2)_{\mathfrak{Q}}} z$$

in der

 $z - 0 - oder > N - R_q$ 

p und q unabhängig voneinander eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und .

 $R_9$   $C_1$  bis  $C_8$ -Alkyl bedeuten, wobei der Alkylrest auch durch

$$-N$$
 $R_{7}$ 
substituiert sein kann, darstellen.

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
Zentralbereich
Patente, Marken und Lizenzen

5090 Leverkusen-Bayerwerk

GM-ABc

Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen unter Verwendung von Dialkylaminoalkylharnstoffen als Katalysatoren

Bislang sind eine Vielzahl an Aktivatoren für die Herstellung von Polyurethanen beschrieben worden, welche jedoch, abhängig vom Siedepunkt, zu einem mehr oder weniger starken Amingeruch führen. Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, auch bei höheren Verarbeitungstemperaturen katalytisch wirksame, nicht oder schwer verdampfende, tertiäre Aminogruppen enthaltende Aktivatoren zu verwenden.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen durch Umsetzung von mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400 — 10000 mit Polyisocyanaten und gegebenenfalls Kettenverlängerungsmitteln vom Molekulargewicht 32 — 400 in Gegenwart von tertiären Aminogruppen aufweisenden Katalysatoren und gegebenenfalls in Gegenwart von Schaumstabilisatoren, Wasser und/oder organischen Treibmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß als Katalysatoren Dialkylaminoalkylharnstoffe der allgemeinen Formel

Le A 20 345

5

10

15

in der Q ein Alkylenrest, Cycloalkylenrest oder Arylenrest,

m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und

R Wasserstoff oder  $-(CH_2)_m$ -X bedeuten und X Reste der Formeln

a) 
$$-0-(CH)_n-N < \frac{R_6}{R_7}$$

in der

5

n eine ganze Zahl zwischen 2 und 5
R- Wasserstoff oder C. bis C. Methyl das durch -N'

10  $R_5$  Wasserstoff oder  $C_1$  bis  $C_7$  Methyl, das durch  $-N_{R_7}$  substituiert sein kann, und

 $R_6$ ,  $R_7$  unabhängig voneinander  $C_1-C_5$  Alkyl bedeuten.

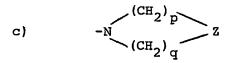
b) 
$$-N-(CH_2)_{n}-N < \frac{R_6}{R_7}$$

in der

15  $R_8$  für  $C_1$  bis  $C_8$  Alkyl oder für den Rest  $-(CH_2)_n - N < R_7$ 

steht, und

n,  $R_6$ ,  $R_7$  die oben genannte Bedeutung haben,



in der

5

10

15

z -O- oder N-R<sub>q</sub>,

p und q unabhängig voneinander eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und

 $R_9$   $C_1$  bis  $C_8$ -Alkyl bedeuten, wobei der Alkylrest auch durch

$$-N$$
 $R_7$ 
substituiert sein kann, darstellen.

Die erfindungsgemäß eingesetzten Katalysatoren werden nach an sich bekannten Verfahren durch Addition von Aminen der Formel X-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-NH-R an Diisocyanate der Formel Q(NCO)<sub>2</sub> enthalten.

Als Diisocyanate kommen aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische, aromatische und heterocyclische Diisocyanate wie sie z.B. von W. Siefken in Justus Liebigs Annalen der Chemie 563, Seite 75 bis 136, beschrieben werden, beispielsweise solche der Formel

## Q (NCO) 2

in der Q bevorzugt einen aliphatischen Kohlenwasser
stoffrest und 2 - 15, vorzugsweise 6 - 10 C-Atomen
einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 4 - 15, vorzugsweise 5 - 10 C-Atomen
eines aromatischen Kohlenwasserstoffrestes mit 6 - 15,
vorzugsweise 6 - 13 C-Atomen, oder einen araliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 8 - 15, vorzugsweise 8 - 13 C-Atomen bedeuten z.B. Ethylendiisocyanat,
1,4-Tetramethylendiisocyanat, 1,6-HexamethylendiisoLe A 20 345

cyanat, 1,12-Dodecandiisocyanat, Cyclobutan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,3- und 1,4-diisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, 1-Isocyanat-3,3,5-trimethyl-5-isocyanato-methyl-cyclohexan (DE-Auslegeschriften 1205 785, US-Patentschriften 3 401 190), 2,4- und 2,6-Hexahydrotoluylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, Hexahydro-1,3- und/oder 1,4-phenylendiisocyanat, Perhydro-2,4- und/oder 4,4'-diphenyl-methandiisocyanat, 1,3- und 1,4-Phenylendiisocyanat, 2,4- und 2,6-Toluylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, Diphenylmethan-2,4'- und/oder -4,4'-diisocyanat, Naphthylen-1,5-diisocyanat.

Als Amine werden Verbindungen der Formel

verwendet, in denen

R = H oder X-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>- sein kann,

m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 bedeutet und

X den Formel

a) 
$$-O-(CH)_n-N < \frac{R_6}{R_7}$$

20 b) 
$$-N - (CH_2)_n - N < R_7$$

5

10

3027796

c) 
$$-N$$
  $(CH_2)_p$   $Z$   $Z = -O-, N-R_9$ 

 ${\rm R,\ R_{6},\ R_{7},\ R_{8},\ R_{9},\ n,\ p}$  und q die bereits genannte Bedeutung haben.

Als derartige Amine, lie z.B. in DE-OS 2 936 239 oder in DE-OS 2 732 292 beschrieben werden, seien z.B. genannt:

5

Bei den Umsetzungsprodukten (erfindungsgemäß eingesetzten Harnstoffen) handelt es sich größtenteils um mehr
oder weniger viskose, wasserhelle Flüssigkeiten, die
praktisch geruchsfrei sind und auch bei Temperaturen
der Polyurethanherstellung zu keiner Geruchsbelästigung
führen. Die erhaltenen, tertiäre Aminogruppen enthaltenden Harnstoffe werden, bezogen auf 100 Gew.-Teile
der mindestens zwei aktiven Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400 bis
10.000, in einem Bereich von 0,3 bis 5,0 Gew.-Teile verwendet.

15 Als Beispiele für die erfindungsgemäß zu verwendenden Aktivatoren seien genannt:

$$\begin{array}{c} \text{CH}_{3} \\ \text{CH}_{3} \\ \text{CH}_{3} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{4} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{6} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{6} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{6} \\ \text{N-}(\text{CH}_{2})_{3} \\ \text{N-}(\text{CH}_{3})_{2} \\ \text$$

$$\begin{bmatrix} (\mathsf{CH}_3)_2 \mathsf{N} - (\mathsf{CH}_2)_3 \end{bmatrix}_2 \mathsf{N} - \overset{\mathsf{Q}}{\mathsf{C}} - \mathsf{NH} - \overset{\mathsf{Q}}{\mathsf{C}} - \mathsf{N} - \overset{\mathsf{Q}}{\mathsf{C}} - \mathsf{N} - \overset{\mathsf{Q}}{\mathsf{C}} - \mathsf{N} - \overset{\mathsf{Q}}{\mathsf{C}} - \mathsf{N} - \overset{\mathsf{Q}}{\mathsf{C$$

$$(CH_3)_2N - (CH_2)_2 - 0 - (CH_2)_3 - NH - C - NH - (CH_2)_2 - NH - C - NH - (CH_2)_3 - 0 - (CH_2)_2 - N(CH_3)_2$$

Für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden eingesetzt:

1. Als Ausgangskomponenten aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische, aromatische und heterocyclische Polyisocyanate, wie sie z.B. von W.
Siefken in Justus Liebigs Annalen der Chemie, 562,
Seiten 75 bis 136, beschrieben werden, beispielsweise solche der Formel

# Q (NCO)

10 in der n = 2-4, vorzugsweise 2, Q einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2-18, vorzugsweise 6-10 C-Atomen, 15 einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 4-15, vorzugsweise 5-10 C-Atomen, aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit einen 6-15, vorzugsweise 6-13 C-Atomen, oder einen araliphatischen Kohlenwasserstoffrest 20 mit 8-15, vorzugsweise 8-13 C-Atomen, bedeuten, z.B. solche Polyisocyanate, wie sie in das DE-OS 2 832 253, Seiten 10-11 beschrieben wer-

Besonders bevorzugt werden in der Regel die technisch leicht zugänglichen Polyisocyanate, z.B. das 2,4- und 2,6-Toluylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren ("TDI"), Polyphenyl-polymethylen-polyiso-

#### Le A 20 345

den.

cyanate, wie sie durch Anilin-Formaldehyd-Kondensation und anschließende Phosgenierung hergestellt werden ("rohes MDI") und Carbodiimidgruppen, Urethangruppen, Allophanatgruppen, Isocyanuratgruppen, Harnstoffgruppen oder Biuretgruppen aufweisenden Polyisocyanate ("modifizierte Polyisocyanate"), insbesondere solche modifizierten Polyisocyanate, die sich vom 2,4- und/oder 2,6-Toluylendiisocyanat bzw. vom 4,4'- und/oder 2,4'-Diphenylmethandiisocyanat ableiten.

2. Als Ausgangskomponenten ferner Verbindungen mit mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatomen von einem Molekulargewicht in der Regel von 400 - 10 000. Hierunter 15 versteht man neben Aminogruppen, Thiolgruppen oder Carboxylgruppen aufweisenden Verbindungen vorzugsweise Hydroxylgruppen aufweisende Verbindungen, insbesondere zwei bis acht Hydroxylgruppen aufweisende Verbindungen, speziell solche vom Mole-20 kulargewicht 1000 bis 6000, vorzugsweise 2000 bis 4000, z.B. mindestens zwei, in der Regel 2 bis 8, vorzugsweise aber 2 bis 4, Hydroxylgruppen aufweisende Polyester, Polyether, Polythiolether, Polyacetale, Polycarbonate und Polyesteramide, 25 wie sie für die Herstellung von homogenen und von zellförmigen Polyurethanen an sich bekannt sind und wie sie z.B. in der DE-OS 2 832 253, Seiten 11-18, beschrieben werden.

5

- 3. Gegebenenfalls als Ausgangskomponenten Verbindungen mit mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatomen und einem Molekulargewicht von 32 bis 400. Auch in diesem Fall versteht man hierunter Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen und/oder Thiolgruppen und/oder Carboxylgruppen aufweisende Verbindungen, vorzugsweise Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen aufweisende Verbindungen, die als Kettenverlängerungsmittel oder Vernetzungsmittel dienen. Diese Verbindungen weisen in der Regel 2 bis 8, vorzugsweise 2 bis 4, gegenüber Isocyanaten reaktionsfähige Wasserstoffatome auf. Beispiele hierfür werden in der DE-AS 2 832 253, Seiten 19-20, beschrieben.
- 15 4. Gegebenenfalls Hilfs- und Zusatzmittel wie
  - a) Wasser und/oder leicht flüchtige anorganische oder organische Substanzen als Treibmittel,
  - Katalysatoren der an sich bekannten Art,
- c) Oberflächenaktive Zusatzstoffe, wie Emulgatoren 20 und Schaumstabilisatoren,
  - d) Reaktionsverzögerer, z.B. sauer reagierende Stoffe wie Salzsäure oder organische Säurehalogenide, ferner Zellregler der an sich bekannten Art wie Paraffine oder Fettalkohole oder Dimethylpolysiloxane sowie Pigmente oder Farbstoffe und Flammschutzmittel der an sich bekannten Art, z.B. Tris-chlorethylphosphat,

5

10

Trikresylphosphat oder Ammoniumphosphat und -polyphosphat, ferner Stabilisatoren gegen Alterungsund Witterungseinflüsse, Weichmacher und fungistatisch und bakteriostatisch wirkende Substanzen sowie Füllstoffe wie Bariumsulfat, Kieselgur, Ruß oder Schlämmkreide.

Diese gegebenenfalls mitzuverwendenden Hilfs- und Zusatzstoffe wurden beispielsweise in der DE-OS 2 732 292, Seiten 21-24 beschrieben.

Weitere Beispiele von gegebenenfalls erfindungsgemäßen mitzuverwendenden oberflächenaktiven Zusatzstoffen und Schaumstabilisatoren sowie Zellreglern, Reaktionsverzögerern, Stabilisatoren, flammhemmende Substanzen, Weichmachern, Farbstoffen und
Füllstoffen sowie fungistatisch und bakteriostatisch wirksamen Substanzen sowie Einzelheiten über
Verwendungs- und Wirkungsweise dieser Zusatzmittel
sind im Kunststoff-Handbuch, Band VII, herausgegeben von Vieweg und Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag,
München 1966, z.B. auf den Seiten 103 bis 113 beschrieben.

Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens:

Die Reaktionskomponenten werden erfindungsgemäß nach dem an sich bekannten Einstufenverfahren, dem Prepolymerverfahren oder dem Semiprepolymerverfahren zur Umsetzung gebracht, wobei man sich oft

Le A 20 345

5

10

15

. 20

maschineller Einrichtungen bedient, z.B. solcher, die in der US-Patentschrift 2 764 565 beschrieben werden. Einzelheiten über Verarbeitungseinrichtungen, die auch erfindungsgemäß in Frage kommen, werden im Kunststoff-Handbuch, Band VII, herausgegeben von Vieweg und Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1966, z.B. auf den Seiten 121 bis 205 beschrieben.

Bei der Schaumstoffherstellung kann erfindungsgemäß die Verschäumung auch in geschlossenen Formen durchgeführt 10 werden. Dabei wird das Reaktionsgemisch in eine Form eingetragen. Als Formmaterial kommt Metall, z.B. Aluminium, oder Kunststoff, z.B. Epoxidharz, in Frage. In der Form schäumt das schäumfähige Reaktionsgemisch auf und bildet den Formkörper. Die Formverschäumung kann da-15 bei so durchgeführt werden, daß das Formteil an seiner Oberfläche Zellstruktur aufweist, sie kann aber auch so durchgeführt werden, daß das Formteil eine kompakte Haut und einen zelligen Kern aufweist. Erfindungsgemäß kann man in diesem Zusammenhang so vorgehen, daß man 20 in die Form so viel schäumfähiges Reaktionsgemisch einträgt, daß der gebildete Schaumstoff die Form gerade ausfüllt. Man kann aber auch so arbeiten, daß man mehr schaumfähiges Reaktionsgemisch in die Form einträgt, als zur Ausfüllung des Forminneren mit Schaumstoff not-25 wendig ist. Im letztgenannten Fall wird somit unter "overcharging" gearbeitet; eine derartige Verfahrensweise ist z.B. aus den US-Patentschriften 3 178 490 und 3 182 104 bekannt.

Bei der bevorzugten Formverschäumung werden vielfach an sich bekannte "äußere Trennmittel", wie Siloconöle, mitverwendet. Man kann aber auch sogenannte "innere Trennmittel", gegebenenfalls im Gemisch mit äußeren Trennmitteln, verwenden, wie sie z.B. aus den DE-Offenlegungsschriften 2 121 670 und 2 307 589 bekanntgeworden sind.

Erfindungsgemäß lassen sich auch kalthärtende Schaumstoffe herstellen (vgl. GB-Patentschrift 1 162 517, DE-Offenlegungsschrift 2 153 086).

Selbstverständlich können aber auch Schaumstoffe durch Blockverschäumung oder nach dem an sich bekannten Doppeltransportbahndverfahren hergestellt werden.

Die nach der Erfindung erhältlichen Produkte finden z.B. folgende Anwendung: Automobilsitze, Armlehnen, Bauelemente, Matratzen, Kühlmöbel, Tiefkühlhausisolierungen, Dachisolierungen, Dämmplatten für die Bauindustrie; Bauplatten (Sandwich-Platten).

5

### Beispiele

5

10

15

20

Zu einer Lösung von 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin in 200 ml Toluol werden 84 g (0,5 m) Hexamethylendiisocyanat getropft, wobei die Temperatur durch Kühlen auf 70°-80°C gehalten wird. Anschließend wird sofort eingeengt. Ausb. 271 g, quantitativ, einer viskosen farblosen Flüssigkeit; Molekulargewicht gef.: 530, Analyse für  $^{\rm C}_{28}{}^{\rm H}_{62}{}^{\rm N}_{8}{}^{\rm O}_{2}$ (542) ber. C: 620, H: 11,4, N: 12,5 gef. C: 61,5, H: 10,2, N: 12,0.

B. 
$$\int (CH_3)_2 N - (CH_3)_2 J N - C - NH - (CH_2)_2 - NH - C - N \int (CH_2)_3 N (CH_3)_2 J_2$$

Gemäß A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylenaminopropyl)amin und 56 g (0,5 m) Ethylendiisocyanat. Ausbeute 243 g, quantitativ, einer viskosen, farblosen Flüssigkeit, Analyse für  $C_{24}^{H}_{54}^{N}_{8}^{O}_{2}$  (486) Molekulargewicht gef. 475; ber. C: 59,2, H:11,1,

N: 24,7;

gef: C: 58,8, H: 11,0

 $0=C-N[(CH_2)_3N(CH_3)_2]_2$ 

Gemäß A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-

amin und 111 g (0,5 m) 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan;

Ausb. 298 g, quantitativ, eines farblosen, zähen Öls,

Molekulargewicht gef. 580, Analyse für  $^{\rm C}_{32}^{\rm H}_{\rm 67}^{\rm N}_{\rm 8}^{\rm O}_{\rm 2}$ 

ber. C: 62,4, H: 11,2 N: 18,7; C: 62,0, H: 10,7 N: 18,5;

D. 
$$\angle (CH_3)_2 N - (CH_2)_3 \overline{7}_2 N - \overline{C} - NH - \overline{C} + NH - \overline{C} - N\angle (CH_2)_3 N (CH_3)_2 \overline{7}_2$$

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylamino-propyl)-amin und 83 g (0,5 m) Cyclohexan-1,4-diiso-canat; Ausb. 270 g, quantitativ, eines farblosen, viskosen öls, Molekulargewicht gef.: 530, Analyse für C<sub>28</sub>H<sub>58</sub>N<sub>8</sub>O<sub>2</sub> (540)
ber. C: 62,2, H: 10,7, N:20,7; gef. C: 61,5, H: 10,0, N:20,0;

# Le A 20 345

**5** .

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethyl-aminopropyl)-amin und 90 g (0,5 m) 1-Methyl-2,4-und -2,6-Diisocyanato-cyclohexan (80:20); Aus. 277 g, quantitativ einer viskosen farblosen Flüssigkeit, Molekulargewicht gef. 528; Analyse für C<sub>30</sub>H<sub>70</sub>N<sub>8</sub>O<sub>2</sub> (544)

ber. C: 66,2, H: 12,9, N: 20,6; gef. C: 65,7, H: 12,2, N: 20,2;

F.

5

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin und 131 g (0,5 m) 4,4'-Disisocyanatodicyclohexylmethan, Ausb. 318, quantitativ einer viskosen Flüssigkeit, Molekulargewicht gef: 62,5 Analyse für C<sub>35</sub>H<sub>78</sub>N<sub>8</sub>O<sub>2</sub> (636)

15 ber. C: 66,0, H: 12,2, N: 17,6; gef. C: 65,5, H: 11,4, N: 17,0;

G. CH<sub>3</sub> O (CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>/<sub>2</sub>

NH-C-N/(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>/<sub>2</sub>

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl) -amin und 87 g (0,5 m) Toluylen-2,4-diisocyanat; Ausb. 274 g. quant. einer viskosen Flüssigkeit Molekulargewicht gef. 537; Analyse für C<sub>29</sub>H<sub>54</sub>N<sub>8</sub>O<sub>2</sub> (548) ber.: C 64,7, H: 10,0, N: 20,8; gef.: C 64,0 H: 1,7, N: 20,2;

(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH-C-NH-(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>NH-C-NH-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

Gemäß A aus 102 g (1 m) Dimethylaminopropylamin 10 und 84 g (0,5 m) Hexamethylendiisocyanat; das abgesaugte Produkt hat einem Schmp. von 155°C und ist in Wasser, Ethylenglykol und Diisopropylenglykol löslich, Molekulargewicht gef. 363; Analyse für  $C_{18}H_{40}N_{6}O_{2}$  (372)

15 ber.: C 58,0; H: 10,7; N: 22,6; gef.: C 57,4; H: 10,0; N: 22,2;

J. Harnstoff aus einem biuretisierten Hexamethylendiisocyanat

In 96,5 g (0,5 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin 20 und 200 ml Toluol werden 100 g eines biuretisierten Hexamethylendiisocyanates mit einem NCO-Gehalt von 21,4 % getropft; anschließend wird eingeengt, Ausbeute quantitativ eines leicht gelben viskosen Öls, Molekulargewicht gef. 1080, idealisiert M ber.

25 1039;

5

K.  $(CH_3)_2N - (CH_2)_2 - O - (CH_2)_3 - NH - C - NH - (CH_2)_6 - NH - C - NH - (CH_2)_3 - O - (CH_2)_2 - N (CH_3)_2$ 

In 146 g (1 m) 3-Aminopropyl-2-dimethylaminoethylether und 200 ml Toluol werden 83 g (0,5 m) Hexamethylendiisocyanat getropft, abgesaugt und gebrannt, Ausbeute quantitativ, Schmp.: 147°C, von glatter Löslichkeit in Ethylenglykol, Diethylenglykol; Molekulargewicht gef.: 454; Analyse für C22H48N6O4 (460)

ber.: C 57,4 H: 9,6 N: 20,9; gef.: C 56,3 H. 9,1 N: 20,1.

Le A 20 345

5

#### Beispiel 1

- 100 Teile eines Polyethers der OH-Zahl 28, hergestellt durch Addition von Propylenoxid und Ethylenoxid an Trimethylolpropan
- 5 3,0 Tl. Wasser
  - 0,1 Tl. Bis-(dimethylaminoethyl)-ether
  - 0,6 Tl. Diazabicyclooctan
- werden mit 35,5 Tl. eines Isocyanatgemisches, bestehend aus 80 % eines Gemisches aus Toluylen-2,4und -2,6-diisocyanat (80:20) sowie 20 % eines durch
  Phosgenierung eines Anilin-Formaldehyd-Kondensates
  gewonnenen Polyisocyanates mit 44 % NCO-Gehalt

1,0 Tl. eines handelsüblichen Siliconstabilisators

- werden verschäumt. Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 57 sec., Steigzeit: 103 sec.; um dem entstandenen Formteil (20 l Kastenform) nun noch eine
  gleichmäßige Zellstruktur und eine dünne, feine
  Haut zu geben, muß in der Regel mit typischen Hautbildungsaktivatoren, z.B. mit N-Methylmorpholin
- oder Triethylamin kokatalysiert werden. Ihre Verwendung ist jedoch mit einer starken Geruchsbelästigung verbunden.
- Ersetzt man nun 0,3 Teile Diazabicyclooctan durch
  0,5 Teile des geruchsarmen Aktivators gemäß A,
  so erhält man bei fast unveränderten Verschäumungsdaten (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 55 sec.,
  Steigzeit: 102 sec.) ein Formteil, welches beim
  Entformen deutlich weniger des typischen Amingeruchs freisetzt. Das Formteil zeigt eine feine und

gleichmäßige Porenstruktur sowie eine feine und dünne Haut.

#### Beispiel 2

Man arbeitet analog Beispiel 1.2 unter Verwendung von 0,5 Tl. des Aktivators gemäß C (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 57 sec., Steigzeit: 103 sec.). Das Formteil zeigt bei einer dünnen, durchgehenden Haut eine feine Porenstruktur auf.

#### Beispiel 3

Man arbeitet analog Beispiel 1.2 unter Verwendung von 0,5 Tl. des Aktivators gemäß E (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 56 sec., Steigzeit: 102 sec.). Das Formteil zeigt bei einer ebenfalls dünnen, durchgehenden Haut eine feine regelmäßige Porengröße auf.